

HYDRODISTILLATION

- Objectifs:**
- Réaliser l'extraction de l'huile essentielle d'orange ou de citron par hydrodistillation.
 - Réaliser une extraction liquide-liquide dans une ampoule à décanter.
 - Identifier le limonène dans l'huile essentielle d'orange ou de citron.

I EXTRACTION DE L'HUILE ESSENTIELLE D'AGRUME PAR HYDRODISTILLATION

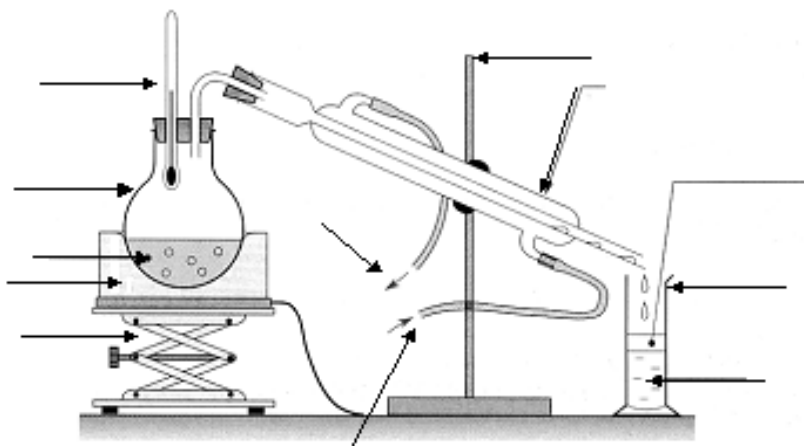
1) Principe

- Les agrumes contiennent dans leurs cellules des **composés organiques odorants**. Ces composés, **peu solubles dans l'eau**, sont difficiles à extraire par **macération** ou **décoction dans l'eau**. D'autre part, la présence de résidus rend difficile l'extraction par d'autres solvants (comme le cyclohexane) puis la filtration.
- On préfère utiliser la technique de **l'hydrodistillation**. On porte à ébullition, un mélange d'agrumes et d'eau. Sous l'action de la chaleur, les cellules des agrumes éclatent et libèrent **des composés organiques volatils**. La vapeur d'eau formée entraîne les composés organiques à l'état gazeux vers le réfrigérant. La condensation de ce mélange gazeux, provoque sa séparation en deux phases liquides:
 - la **phase organique** supérieure, **huileuse et très odorante**, appelée "**huile essentielle**", contenant la majorité des composés odorants.
 - la **phase aqueuse** inférieure, odorante, appelée "**eaux aromatiques**", qui n'en contient que très peu.

2) Hydrodistillation de l'écorce d'orange ou de citron

Préparation de la décoction

- Laver soigneusement **deux oranges**, ou **deux citrons**, afin d'éliminer au mieux les produits de conservation (diphénylamine,...) généralement pulvérisés sur les agrumes.
- Les éplucher en évitant de prendre la partie interne blanche de la peau, puis les couper en morceaux avec une paire de ciseaux.
- Introduire les morceaux dans le ballon et le remplir à moitié d'eau distillée.



Hydrodistillation

- Réaliser le montage ci-dessus et le faire vérifier.
- Faire circuler l'eau froide dans le réfrigérant à eau, puis, à l'aide du chauffe-ballon, porter le mélange à ébullition (thermostat maximum).
- Recueillir **40 mL de ce distillat** et stopper le chauffage. Pendant le chauffage, répondre aux questions suivantes:
 - a) Reproduire soigneusement et légèrer le montage d'hydrodistillation ci-dessus.
 - b) Que se passe-t-il lorsque l'on chauffe le mélange écorce d'agrumes – eau ?
 - c) Qu'observe-t-on dans le réfrigérant à eau au cours du chauffage ? Quelle est le rôle le réfrigérant à eau ?
 - d) Que peut-on dire de la température de la phase gazeuse pendant l'ébullition ? Comparer avec celle de l'eau.
 - e) Quelle est le volume d'huile essentielle dans les 40 mL de distillat ?

3) Séparation des phases aqueuses et organiques

- Verser la totalité du distillat dans une ampoule à décanter et laisser reposer.
- Ajouter 20 mL d'une solution de chlorure de sodium saturée. Agiter et laisser reposer à nouveau. Faire un schéma légèrer de l'ampoule à décanter et de son contenu.



Ampoule à décanter

- Lorsque les phases sont bien séparées : - évacuer la phase aqueuse dans un **erlenmeyer**
- recueillir l'huile essentielle dans un **minitube**.

	Huile essentielle	Eau	Eau salée
Densité	0,86	1,0	
Solubilité des composés organiques		Peu soluble	Insoluble

- A l'aide du tableau de données, justifier la position des phases aqueuse et organique.
- Quel est l'intérêt de cette opération appelée **relargage** ?

II CHROMATOGRAPHIE SUR CCM DE L'HUILE ESSENTIELLE

1) Révélation de constituants incolores

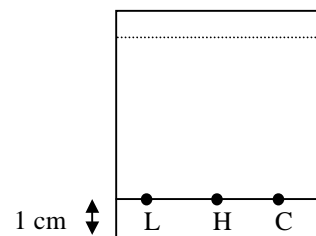
Principe : si les constituants du mélange sont incolores, il faut, après chromatographie, rendre les taches visibles par "révélation". Pour cela, on peut:

- Plonger la plaque dans un réactif susceptible de réagir avec les espèces séparées en donnant un produit coloré (dans KMnO_4 par exemple).
- Placer le chromatogramme dans un récipient saturé de vapeur de diiode.
- Faire la chromatographie sur un support contenant un corps fluorescent sous UV, puis placer le chromatogramme sous une lampe à UV : si les espèces séparées absorbent les UV, elles empêchent la fluorescence là où elles se trouvent ; il apparaît donc des taches sombres sur un fond fluorescent.

2) Chromatographie

- Dans la cuve à chromatographie, verser **4 mL de l'éluant** (50 % cyclohexane + 50 % éther diéthylique).
- Couvrir la cuve avec une boîte de Pétri afin de permettre à son atmosphère de se saturer en vapeurs d'éluant.
- Préparation des échantillons suivants:
Échantillon n°1 : 1 mL de limonène pur dans 4 mL de cyclohexane (solution déjà prête).
Échantillon n°2 : huile essentielle du minitube + 2 mL de cyclohexane.
Échantillon n°3 : 1 mL de citral pur dans 4 mL de cyclohexane (solution déjà prête).
- Préparation la plaque CMM: avec une pique en bois faire :

- 1 dépôts de l'échantillon n°1 : (L)
- 3 dépôts de l'échantillon n°2 : (H)
- 1 dépôts de l'échantillon n°3 : (C)



- Élution: placer la plaque dans le bécher et laisser évoluer jusqu'à ce que le front de l'éluant arrive à 5 mm du haut de la plaque. Retirer la plaque du bécher et marquer aussitôt au crayon le niveau atteint par l'éluant.

- Révélation: sortir la plaque du bécher et laisser sécher.

- Placer la plaque sous la lampe à UV et observer: noter vos observations.

- Verser un peu de solution de KMnO_4 dans une boîte de Pétri (mettre en dessous une feuille d'essuie-tout). Plonger la plaque (face silice en dessous) en la tenant avec une pince, la sortir immédiatement et la poser sur la feuille d'essuie-tout : il apparaît des taches jaunes sur le fond rose du permanganate : laisser sécher la plaque.

a) Quelle(s) espèce(s) chimique(s) peut-on identifier dans l'huile essentielle ? Pourquoi ?

b) Calculer le rapport frontal du limonène (L) et du citral (C). Comparer avec la valeur donnée dans les tables pour le limonène: $R_f = 0,90$.

T.P. N°2 : EXTRACTION DE L'HUILE ESSENTIELLE D'ORANGE

Paillasse prof :

- Lampe à UV
- Échantillons dans 2 minitubes + pique en bois:
 - Solution de limonène dans le cyclohexane
 - Solution de citral dans le cyclohexane
- Solution de KMnO_4 ($0,02 \text{ mol.L}^{-1}$)
- 10 plaques CCM : $4 \text{ cm} \times 5 \text{ cm}$
- Mixer

Paillasse élève :

- 2 oranges ou 2 citrons
- couteau économe

- Montage à hydrodistillation
 - chauffe-ballon
 - pied élévateur
 - tête de colonne avec thermomètre
 - réfrigérant + support
 - allonge coudée
 - éprouvette graduée de 100 mL

- Ampoule à décanter + bouchon + support
- eau distillée

- Chromatographie sur CCM
 - 1 minitube + bouchon
 - 1 bécher de 100 mL + 1 boîte de Pétri
 - un boîte de Pétri pour le KMnO_4
 - une pince en fer
 - une feuille d'essuie-tout
 - 3 moitiés de piques en bois
 - Solution de KMnO_4 ($0,02 \text{ mol.L}^{-1}$)
 - cyclohexane